

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2004-217895

(43)Date of publication of application : 05.08.2004

(51)Int.Cl. C08L 81/02
C08K 3/26
C08K 5/5415
C08K 7/00
//(C08L 81/02
C08L 83:04
C08L 23:02)

(21)Application number : 2003-371910

(71)Applicant : POLYPLASTICS CO

(22)Date of filing : 31.10.2003

(72)Inventor : TOKUSHIGE KAZUTOMO
WAKATSUKA SEI

(30)Priority

Priority number : 2002377702 Priority date : 26.12.2002 Priority country : JP

(54) POLYARYLENE SULFIDE RESIN COMPOSITION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide a polyarylene sulfide resin composition improved in turbidity caused by an extracted material from the polymer in a specific solvent (a refrigeration machine oil using an ester-based synthetic oil as a base oil).

SOLUTION: This polyarylene sulfide resin composition is obtained by blending (A) 100 pts. wt. polyarylene sulfide resin of which washing process after its polymerization is only by washing with an organic solvent and water and having ≥ 150 ppm sodium content in the polymer with (B) 0.1–8 pts. wt. α -olefin polymer having 1,000–10,000 number-average molecular weight and/or silicone oil, (C) 0.01–10 pts. wt. alkoxysilane compound and (D) 20–250 pts. wt. inorganic filler.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 03.02.2006

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

(19) 日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11) 特許出願公開番号

特開2004-217895
(P2004-217895A)

(43) 公開日 平成16年8月5日(2004.8.5)

(51) Int.Cl.⁷
C08L 81/02
C08K 3/26
C08K 5/5415
C08K 7/00
//(C08L 81/02

F 1
C08L 81/02
C08K 3/26
C08K 5/5415
C08K 7/00
C08L 81/02

テーマコード(参考)
4J002

審査請求 未請求 請求項の数 4 O L (全 10 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願2003-371910 (P2003-371910)
(22) 出願日 平成15年10月31日 (2003.10.31)
(31) 優先権主張番号 特願2002-377702 (P2002-377702)
(32) 優先日 平成14年12月26日 (2002.12.26)
(33) 優先権主張国 日本国 (JP)

(71) 出願人 390006323
ポリプラスチックス株式会社
東京都港区港南二丁目18番1号
(74) 代理人 100087642
弁理士 古谷 聰
(74) 代理人 100076680
弁理士 溝部 孝彦
(74) 代理人 100091845
弁理士 持田 信二
(74) 代理人 100098408
弁理士 義経 和昌
(72) 発明者 德重 和友
静岡県富士市富島973番地 ポリプラスチックス株式会社内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】ポリアリーレンサルファイド樹脂組成物

(57) 【要約】

【課題】 特定の溶剤(エステル系合成油を基油とする冷凍機油)においてポリマーからの抽出物による濁りが改善されたポリアリーレンサルファイド樹脂組成物を提供する。

【解決手段】 (A) 重合後の洗浄工程が有機溶媒と水との洗浄のみである、ポリマー中のナトリウム含有量が150ppm以上であるポリアリーレンサルファイド樹脂100重量部に対して、(B) 数平均分子量1000~10000の α -オレフィン重合体及び/又はシリコーンオイル0.1~8重量部、(C) アルコキシシラン化合物0.01~10重量部及び(D) 無機充填剤20~250重量部を配合する。

【選択図】 なし

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

(A) 重合後の洗浄工程が有機溶媒と水との洗浄のみである、ポリマー中のナトリウム含有量が150ppm以上であるポリアリーレンサルファイド樹脂100重量部に対して、

(B) 数平均分子量1000～10000の α -オレフィン重合体及び/又はシリコーンオイル0.

1～8重量部

(C) アルコキシシラン化合物0.01～10重量部

(D) 無機充填剤20～250重量部

を配合してなるポリアリーレンサルファイド樹脂組成物。

10

【請求項 2】

更に、(E) 炭酸亜鉛、炭酸マンガン、炭酸ニッケル、炭酸リチウム、炭酸マグネシウム、酸化亜鉛、水酸化亜鉛から選ばれる金属塩化合物の1種又は2種以上を0.1～20重量部(対(A) 100重量部)配合してなる請求項1記載のポリアリーレンサルファイド樹脂組成物。

【請求項 3】

(D) 無機充填剤が、繊維状、粉粒状、板状の充填剤から選ばれた1種又は2種以上であり、その配合量が30～200重量部(対(A) 100重量部)である請求項1又は2記載のポリアリーレンサルファイド樹脂組成物。

【請求項 4】

請求項1～3の何れか1項記載のポリアリーレンサルファイド樹脂組成物からなるフロン冷媒使用機器用冷媒接触部品。

20

【発明の詳細な説明】

【技術分野】

【0001】

本発明は、特定の溶剤においてポリマーからの抽出物による濁りが少ないポリアリーレンサルファイド樹脂組成物に関する。

【背景技術】

【0002】

ポリフェニレンサルファイド(以下PPSと略す場合がある)樹脂に代表されるポリアリーレンサルファイド(以下PASと略す場合がある)樹脂は、高い耐熱性、機械的物性、寸法安定性、難燃性を有していることから、電気・電子機器部品材料、自動車機器部品材料、化学機器部品材料等に広く使用されている。また、PAS樹脂は、耐水性、耐薬品性に優れるため、各種溶液、溶剤と接触する部品にも広く応用されている。

30

【0003】

しかしながら、水、热水、オイル、フロン系冷媒、有機溶剤等に接触する使用法(例えば、パイプ、配管、冷凍機モーター周りの絶縁体等)では、溶液・溶剤中にポリマーから抽出される抽出物が各部品の性能に悪影響を及ぼすことがあり、使用法に制約があった。特に、冷凍機内で使用される部品においては、冷媒が加えられたエステル系合成油を基油とする冷凍機油中でPAS樹脂からなる部品を長時間使用した場合、PAS樹脂からの抽出物によって冷凍機油が白濁し、冷凍機の性能を低下させるという問題があった。

40

【0004】

この問題を解決するための従来の方法としては、溶剤(例えば、N-メチルピロリドン等)で洗浄してPAS低分子量(オリゴマー)成分を低減する方法(特許文献1)が提案されているが、濁り低減の効果に関して十分ではなかった。また、特定の離型剤を使用しない方法(特許文献2)も提案されているが、成形品が金型から離型しにくいため安定した連続的成形ができないという問題がある。更に、 α -オレフィン系樹脂を10重量部以上添加する方法(特許文献3、特許文献4)も提案されているが、多量の α -オレフィン系樹脂添加は、成形加工時のガス発生が多い、成形加工時の金型あるいは成形片へのモールドデボジット発生がある等の問題があり、好ましくなかった。

【特許文献2】特開平6-221266号公報
 【特許文献3】国際公開番号WO00/14160
 【特許文献4】特開昭63-318386号公報

【発明の開示】

【発明が解決しようとする課題】

【0005】

本発明は、かかる従来技術の問題の解決を図り、特定の溶剤（エステル系合成油を基油とする冷凍機油）においてポリマーからの抽出物による濁りが改善されたPAS樹脂組成物の提供を目的とするものである。

10

【課題を解決するための手段】

【0006】

本発明者らは上記目的を達成するため鋭意検討した結果、特定のPAS樹脂を主体とし、これに α -オレフィン重合体及び/又はシリコーンオイル、アルコキシラン化合物及び無機充填剤の夫々特定量を配合した樹脂組成物は、冷凍機油の溶出物による濁りが改善され、さらに成形時の離型性にも優れていることを見出し、本発明を完成するに至った。

【0007】

即ち本発明は、

(A) 重合後の洗浄工程が有機溶媒と水との洗浄のみである、ポリマー中のナトリウム含有量が150ppm以上であるポリアリーレンサルファイド樹脂100重量部に対して、

(B) 数平均分子量1000～10000の α -オレフィン重合体及び/又はシリコーンオイル0.20

1～8重量部

(C) アルコキシラン化合物0.01～10重量部

(D) 無機充填剤20～250重量部

を配合してなるポリアリーレンサルファイド樹脂組成物である。

【発明を実施するための最良の形態】

【0008】

以下本発明の構成成分について詳細に説明する。本発明に用いる(A)成分としてのPAS樹脂は、繰返し単位として-(Ar-S)-（但しArはアリーレン基）で主として構成されたものである。アリーレン基としては、例えば、p-フェニレン基、m-フェニレン基、o-フェニレン基、置換フェニレン基、p, p'-ジフェニレンスルfonyl基、p, p'-ビフェニレン基、p, p'-ジフェニレンエーテル基、p, p'-ジフェニレンカルボニル基、ナフタレン基などが使用できる。この場合、前記のアリーレン基から構成されるアリーレンサルファイド基の中で、同一の繰返し単位を用いたポリマー、すなわちホモポリマーの他に、組成物の加工性という点から、異種繰返し単位を含んだコポリマーが好ましい場合もある。

30

【0009】

ホモポリマーとしては、アリーレン基としてp-フェニレン基を用いた、p-フェニレンサルファイド基を繰返し単位とするものが特に好ましく用いられる。また、コポリマーとしては、前記のアリーレン基からなるアリーレンサルファイド基の中で、相異なる2種以上の組み合わせが使用できるが、中でもp-フェニレンサルファイド基とm-フェニレンサルファイド基を含む組み合わせが特に好ましく用いられる。この中で、p-フェニレンサルファイド基を70モル%以上、好ましくは80モル%以上含むものが、耐熱性、成形性、機械的特性等の物性上の点から適当である。

40

【0010】

また、これらのPAS樹脂の中で、2官能性ハロゲン芳香族化合物を主体とするモノマーから縮重合によって得られる実質的に直鎖状構造の高分子量ポリマーが、特に好ましく使用できるが、直鎖状構造のPAS樹脂以外にも、縮重合させさせると、3個以上のハロゲン置換基を有するポリハロ芳香族化合物等のモノマーを少量用いて、部分的に分岐構造又は架橋構造を形成させたポリマーも使用できるし、低分子量の直鎖状構造ポリマーを酸素又酸化剤存在下、高温で加熱して酸化架橋又は熱架橋により溶融粘度を上昇させ、

50

成形加工性を改良したポリマーも使用可能である。また、(A) 成分のPAS樹脂は、前記直鎖状PAS(310°C・ズリ速度1200sec⁻¹における粘度が10~300Pa·s)を主体とし、その一部(1~30重量%、好ましくは2~25重量%)が、比較的高粘度(300~3000Pa·s、好ましくは500~2000Pa·s)の分岐又は架橋PAS樹脂との混合系も好適である。

【0011】

本発明に用いるPAS樹脂は、重合後の洗浄工程として、N-メチルピロリドン、アセトン等の有機溶媒、水、熱水等で洗浄することで、ポリマー中の副生不純物、オリゴマー等を除去精製したものが好ましい。しかし、洗浄水溶液として酢酸水溶液、塩化アンモニウム水溶液の如き酸性水溶液による洗浄は行わず、ポリマー中のナトリウム含有量が150ppm以上、好ましくは300ppm以上であるPAS樹脂であることが必要である。酸性水溶液による洗浄のポリマーに対する影響は不明であるが、酸性水溶液による洗浄を行ったポリマーは冷凍機油を白濁させ、好ましくない。尚、酢酸等の酸性水溶液による洗浄を行ったポリマーであっても、PAS樹脂全量に対して20重量%以下配合するのであれば、冷凍機油を白濁させることはなく、本発明の目的を阻害せず、本発明の範疇に含まれる。上記酸性水溶液による洗浄を行ったポリマーを20重量%より多く配合すると冷凍機油を白濁させ、好ましくない。

10

【0012】

尚、ナトリウム含有量は後記実施例に示す公知の方法で容易に測定することができる。

【0013】

本発明では、成形時の離型性を改良する離型剤として、(B) 数平均分子量1000~10000のα-オレフィン重合体及び/又はシリコーンオイルを配合する。これ以外の離型剤では、エステル系合成油を基油とする冷凍機油に抽出され、冷凍機油を濁らせる問題が発生する。

20

【0014】

本発明で用いられる(B)成分のα-オレフィン重合体は、α-オレフィンを主成分とする限定された分子量を持つ重合体である。重合体の主成分としては、エチレン、プロピレン等のα-オレフィンの重合体又はこれら2種以上の共重合体であり、一部酸化された重合体でもかまわない。また、これにオレフィン重合体にエチレングリコール、プロピレングリコール等のグリコール類や、酸化エチレン、酸化プロピレン等の酸化オレフィン類、カルボン酸エステル類、エチルアクリレート、エチルメタクリレート、メチルアクリレート、メチルメタクリレート等のアクリレート類等を共重合してもかまわない。これら共重合体の組成としては、α-オレフィンが50重量%以上であるα-オレフィン主体の共重合体であることが好ましい。これらα-オレフィン重合体の数平均分子量は1000~10000であることが必要である。一般的にパラフィンと呼ばれる分子量が小さいオレフィン重合体では、成形品表面への著しい染み出しが生じる問題がある。また、数平均分子量が10000より大きいオレフィン重合体では、成形時の離型性改善効果が少ない。特に好ましい数平均分子量は2000~6000である。

30

【0015】

本発明で用いられる(B)成分のシリコーンオイルには、未変性シリコーンオイルあるいは官能基が導入された変性シリコーンオイルが含まれる。未変性シリコーンオイルとしてはポリジメチルシロキサンおよびポリメチルフェニルシロキサンが代表的であり、後者には例えばポリジメチルジフェニルシロキサンコポリマー、ポリジメチルフェニルメチルシロキサンコポリマー、ポリメチルフェニルジフェニルシロキサンコポリマーが含まれる。

40

【0016】

一方、変性シリコーンオイルは、上記未変性シリコーンオイルの一部を官能基で変性したものであり、その官能基としては、ヒドロキシル基、アミノ基、カルボキシル基、カルボノール基、エポキシ基、メタクリロキシ基、メルカブト基等が挙げられ、官能基導入は、側鎖、片末端、両末端および側鎖および両末端のいずれでもよい。これら変性シリコーンオイルの具体例としては、末端シラノールポリジメチルシロキサン、末端シラノールポリジメチルジフェニルシロキサン、末端ヒドロキシプロピルポリジメチルシロキサン、ポ

50

リジメチルヒドロキシアルキレンオキシドメチルシロキサン、末端アミノプロピルポリジメチルシロキサン、アミノアルキル含有T構造ポリジメチルシロキサン、末端カルボキシプロピル含有T構造ポリジメチルシロキサン、末端グリシドキシプロピル含有T構造ポリジメチルシロキサン、グリシドキシプロピル含有T構造ポリジメチルシロキサン、ポリグリシドキシプロピルメチルシロキサン、末端カルビノールポリジメチルシロキサン、末端アセトキシポリジメチルシロキサン、末端ジメチルアミノポリジメチルシロキサン、末端エトキシポリジメチルシロキサン、末端ステアロキシポリジメチルシロキサン、末端メタクリロキシプロピル含有T構造ポリジメチルシロキサン、メタクリロキシプロピル含有T構造ポリジメチルシロキサン、メルカブトプロピル含有T構造ポリジメチルシロキサン、ポリメルカブトプロピルメチルシロキサン等が挙げられる。

10

【0017】

本発明に用いる(B)シリコーンオイルの粘度は、25°Cで10~100000cSt(センチストークス)の範囲で特に制限はないが、ハンドリング性や混合時の分散性等の面から100~50000cStのものが好ましい。

【0018】

また、(B)成分の数平均分子量1000~10000のα-オレフィン重合体及び/又はシリコーンオイルの配合量は、(A)ポリアリーレンサルファイド樹脂100重量部に対し0.1~8重量部であり、好ましくは0.3~5重量部である。0.1重量部未満では、成形時の離型性が著しく悪化する問題があり、8重量部を超えると、成形品表面への離型剤染み出しによる外観不良等の問題が生じる。

20

【0019】

次に、本発明で用いられる(C)アルコキシシラン化合物としては、ビニルシラン、メタクリロキシシラン、エポキシシラン、アミノシラン、メルカブトシラン等の各種タイプが含まれ、例えば、ビニルトリメトキシシラン、ビニルトリエトキシシラン、ビニルトリス(β-メトキシエトキシ)シラン、ビニルトリアセトキシシラン、γ-クロルプロピルメチルジメトキシシラン、γ-クロルプロピルトリメトキシシラン、γ-メタクリロキシプロピルトリメトキシシラン、γ-メタクリロキシプロピルトリエトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルトリメトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルメチルジメトキシシラン、γ-グリシドキシプロピルエチルジメトキシシラン、β-(3,4-エポキシシクロヘキシル)エチルトリメトキシシラン、γ-アミノプロピルトリメトキシシラン、γ-アミノプロピルトリエトキシシラン、γ-アミノプロピルメチルジメトキシシラン、γ-アミノプロピルメチルジエトキシシラン、N-(β-アミノエチル)-γ-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-(β-アミノエチル)-γ-アミノプロピルトリエトキシシラン、N-(β-アミノエチル)-γ-アミノプロピルトリメトキシシラン、N-フェニル-γ-アミノプロピルトリメトキシシラン、γ-メルカブトプロピルトリメトキシシラン、γ-メルカブトプロピルトリエトキシシラン、1,3,5-N-トリス(3-(トリメトキシシリル)プロピル)イソシアヌレート、N,N-ビス(3-(トリメトキシシリル)プロピル)アミン、γ-イソシアネートプロピルトリエトキシシラン、ビス(γ-トリエトキシシリルプロピル)テトラスルファンなどが例示されるが、これらに限定されるものではない。

30

【0020】

また、本発明では、(C)成分として上記アルコキシシラン化合物の加水分解生成物及び/又は重合物を用いてもかまわない。

【0021】

アルコキシシラン化合物(C)の配合量は、(A)ポリアリーレンサルファイド樹脂100重量部に対し0.01~10重量部であり、好ましくは0.05~5重量部である。0.01重量部未満では、所期の効果が得られず、10重量部を超えると、成形時のガス発生量が多くなるだけで、所期の効果がこれ以上に良くならず、好ましくない。

40

【0022】

本発明の樹脂組成物には、機械的強度、耐熱性、寸法安定性(耐変形、そり)、電気的

50

性質等の性能の改良のため無機充填剤(D)を配合するのであるが、これには目的に応じて繊維状、粉粒状、板状の充填剤が用いられる。

【0023】

繊維状充填剤としては、ガラス繊維、アスベスト繊維、カーボン繊維、シリカ繊維、シリカ・アルミナ繊維、ジルコニア繊維、窒化硼素繊維、窒化珪素繊維、硼素繊維、チタン酸カリウム繊維、さらにステンレス、アルミニウム、チタン、銅、真鍮等金属の繊維状物などの無機質繊維状物質が挙げられる。特に代表的な繊維状充填剤はガラス繊維、又はカーボン繊維である。なおポリアミド、フッ素樹脂、アクリル樹脂などの高融点有機質繊維物質も使用することができる。

【0024】

一方、粉粒状充填剤としてはカーボンブラック、シリカ、石英粉末、ガラスビーズ、ガラス粉、珪酸カルシウム、珪酸アルミニウム、カオリין、タルク、クレー、珪藻土、ウォラストナイトのごとき珪酸塩、酸化鉄、酸化チタン、酸化亜鉛、アルミナのごとき金属の酸化物、炭酸カルシウム、炭酸マグネシウムのごとき金属の炭酸塩、硫酸カルシウム、硫酸バリウムのごとき金属の硫酸塩、その他炭化珪素、窒化珪素、窒化硼素、各種金属粉末が挙げられる。

10

【0025】

また、板状充填剤としてはマイカ、ガラスフレーク、各種の金属箔が挙げられる。

【0026】

これらの無機充填剤は1種又は2種以上併用することができる。

20

【0027】

これらの充填剤の使用にあたっては必要ならば収束剤又は表面処理剤を使用することが望ましい。この例を示せば、エポキシ系化合物、イソシアネート系化合物、シラン系化合物、チタネート系化合物等の官能性化合物である。これらの化合物はあらかじめ表面処理又は収束処理を施して用いるか、又は材料調製の際同時に添加してもよい。

【0028】

無機充填剤の使用量は(A)成分のポリアリーレンサルファイド樹脂100重量部に対し20～250重量部、好ましくは30～200重量部である。20重量部より少ないと剛性が不足し、250重量部を超えると流動性の低下が顕著になり成形作業が困難になるほか、成形品の機械的強度が低下し、好ましくない。

30

【0029】

次に本発明では、(E)成分として、炭酸亜鉛、炭酸マンガン、炭酸ニッケル、炭酸リチウム、炭酸マグネシウム、酸化亜鉛、水酸化亜鉛から選ばれる金属塩化合物の1種又は2種以上を配合することが好ましい。これら金属塩化合物を添加することで、溶融混練時の分解を抑制できるため、冷凍機油の濁り性を更に改善することができる。

【0030】

(E)成分の金属塩化合物の配合量は、(A)成分のポリアリーレンサルファイド樹脂100重量部に対し0.1～20重量部が好ましく、更に好ましくは0.5～5重量部である。0.1重量部より少ないと十分な効果が得られず、20重量部を超えると機械的物性の低下を生じる。

40

【0031】

また、本発明の樹脂組成物には、その目的に応じ前記成分の他に、他の熱可塑性樹脂を補助的に少量併用することも可能である。ここで用いられる他の熱可塑性樹脂としては、高温において安定な熱可塑性樹脂であれば、いずれのものでもよい。例えば、ポリエチレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート等の芳香族ジカルボン酸とジオール或いはオキシカルボン酸などからなる芳香族ポリエステル、ポリアミド、ポリカーボネート、ABS、ポリフェニレンオキサイド、ポリアルキアルキルアクリレート、ポリサルホン、ポリエーテルサルホン、ポリエーテルイミド、ポリエーテルケトン、フッ素樹脂、ポリアリレート、液晶ポリマー、環状オレフィン系樹脂などを挙げることができる。また、これらの熱可塑性樹脂は2種以上混合して使用することもできる。

50

【0032】

更に、本発明に使用する成形品組成物として、一般に熱可塑性樹脂に添加される公知の物質、すなわち難燃剤、染・顔料等の着色剤、潤滑剤及び結晶化促進剤、結晶核剤等も要求性能に応じ適宜添加することができる。

【0033】

本発明で用いる水廻り用部品の樹脂組成物の調製は、一般に合成樹脂組成物の調製に用いられる設備と方法により調製することができる。一般的には必要な成分を混合し、1軸又は2軸の押出機を使用して溶融混練し、押出して成形用ペレットとすることができる。また、樹脂成分を溶融押出し、その途中で無機充填剤（繊維状充填剤）を添加配合するのも好ましい方法の一つである。

10

【0034】

本発明の樹脂組成物からなる成形品は、前述の通り、フロン冷媒使用機器用冷媒接触部品、即ち冷媒が加えられたエステル系合成油を基油とする冷凍機油中で用いられるような部品に特に好適に用いられる。本発明の樹脂組成物を金型に充填するための成形法としては、射出成形法、押出圧縮成形法などがあるが、射出成形法が一般的である。

【実施例】

【0035】

次に、実施例、比較例で本発明を具体的に説明するが、本発明はこれらに限定されるものではない。

20

【0036】

なお、実施例及び比較例に用いた各(A)、(B)、(C)、(D)、(E)成分の具体的物質は以下の通りである。

成分(A) ポリフェニレンサルファイド (PPS) 樹脂

a-1；呉羽化学工業（株）製フォートロンKPS W312、ナトリウム含量800ppm、クロロホルム抽出量2.5重量%

a-2（比較品）；呉羽化学工業（株）製フォートロンKPS W312の酢酸洗浄処理品、ナトリウム含量100ppm、クロロホルム抽出量2.3重量%

a-3（比較品）；呉羽化学工業（株）製フォートロンKPS W312の酢酸洗浄／N-メチルピロリドン洗浄処理品、ナトリウム含量80ppm、クロロホルム抽出量0.6重量%

30

尚、ナトリウム含量及びクロロホルム抽出量は、下記方法で測定した。

[ナトリウム含量測定法]

レジン1gに濃硫酸15mlを添加し、1時間加熱分解させ、分解液を調製後、ICP発光分光分析計（日立（株）-306型）により分析した。

[クロロホルム抽出量測定法]

レジン10gをクロロホルム100mlに入れ、ソックスレー抽出を6時間、クロロホルムを還流させ行った。その後、クロロホルムを除去し、真空乾燥させ、抽出物の重量を測定した。

成分(B) α -オレフィン重合体、シリコーンオイル

40

b-1；ポリエチレンワックス（三洋化成工業（株）製サンワックス165P、数平均分子量5000）

b-2；シリコーンオイル（ジメチルポリシロキサン、東レ／ダウコーポレーション（株）製SH200）

b-3（比較品）；ペンタエリスリトールステアリン酸エステル（日本油脂（株）製ユニスターH476）

b-4（比較品）；ポリエチレン重合体（三井化学工業（株）製ミペロンXM-220、数平均分子量2000000）

成分(C) アルコキシシラン化合物

c-1； γ -アミノプロピルトリエトキシシラン（GE東芝シリコーン（株）製TSL8331）

50

成分(D) 無機充填剤

d-1 ; ガラス繊維 直径 $13\mu\text{m}$

成分(E) 金属塩化合物

e-1 ; 塩基性炭酸亜鉛 (関西触媒(株) 製、平均粒径 $13\mu\text{m}$)e-2 ; 酸化亜鉛 (松下アムテック(株) 製、平均粒径 $0.5\mu\text{m}$)

実施例1～6及び比較例1～11

表1に示す(A)、(B)、(C)、(E)成分をヘンシェルミキサーで5分間混練合し、これをシリンダー温度 $320\text{ }^{\circ}\text{C}$ の二軸押出機に投入し、ガラス繊維(D)は押出機のサイドフィード部より別添加し、二軸押出機で樹脂温度 $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ にて溶融混練し、樹脂組成物のペレットを作った。

10

【0037】

次いで、下記評価を行った。結果を表1に示す。

【0038】

また、実施例及び比較例で評価した評価項目・方法は以下の通りである。

[冷凍機油濁り性試験法]

試験管内にペレット 5 g と冷凍機油 (日石三菱(株) 製 R B 6 8 A F) 8 ml を入れ、 $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ に加熱した。所定時間 (25時間) 加熱後、室温に冷却し、下記評価を行った。

1) 目視観察

室温に冷却された冷凍機油の濁り度を目視観察し、下記5段階で評価した。

20

【0039】

- ◎ : 濁り観察されず
- : 若干の濁り
- △ : 濁り小
- × : 濁り
- ×× : 濁り著しい

2) ヘイズ値

室温に冷却された冷凍機油について、東洋精機(株) 製直読ヘイズメータでヘイズ値を測定した。ヘイズ値が大きいほど濁り度大で、ヘイズ値が小さいほど濁り度小を意味する。

30

【0040】

$$\text{ヘイズ値} = (\text{拡散透過率} / \text{全光線透過率}) \times 100 (\%)$$

[離型抵抗力測定]

射出成形機で下記の条件で所定の成形片の成形を行い、成形片を金型から押出すときの力を測定し、測定値を離型抵抗値とした。

離型抵抗力測定機 ; M O B A C キャビティ圧力センサー

射出成形機 ; 日鋼 J 7 5 S S II - A

シリンダー温度 ; $310\text{ }^{\circ}\text{C}$

射出時間 ; 12秒

冷却時間 ; 45秒

金型温度 ; $140\text{ }^{\circ}\text{C}$

40

[成形片外観評価]

成形された成形片の外観を目視観察し、下記4段階で評価した。

【0041】

- ◎ : 良好
- : 若干の外観不良が発生
- △ : 表面の外観不良が成形片の半面位に発生
- × : 表面の外観不良が成形片の全面に発生

【0042】

【表 1】

		実施例					比較例					実施例			比較例			
		1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	6	7	8	9	6	10	11
組成 (重量部)	(A) a-1	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	85	70	55
	a-2																	
	a-3																15	30
	(B) b-1	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	3.0	0.3	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	10.0	0.5	0.5
	b-2																	
	b-3																	
	b-4																	
	(C) c-1	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.0
	(D) d-1	70	70	70	70	70	70	70	70	70	70	70	70	70	70	70	70	70
	(E) e-1		0.7															
	e-2			0.7											0.7			
(冷凍油脂濁り) 評価		◎	◎	◎	◎	×	◎	××	×	×	××	◎	××	××	◎	×	×	×
ヘイズ値 (%)		10.3	9.8	11.8	10.0	11.0	20.3	7.7	55.3	32.8	45.1	10.3	75.1	46.3	57.1	10.5	20.7	29.7
離型抵抗 (N)		210	200	220	190	220	2210	180	200	230	1760	2180	160	170	220	200	190	
成形片外観		◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	◎	

フロントページの続き

(51) Int. Cl.⁷

C 0 8 L 83:04

C 0 8 L 23:02)

F I

C 0 8 L 83:04

C 0 8 L 23:02

テーマコード (参考)

(72) 発明者 若塚 聖

静岡県富士市宮島973番地 ポリプラスチックス株式会社内

F ターム (参考) 4J002 BB012 CN011 CP032 CP052 CP102 CP162 DA017 DA037 DA097 DC007
DE097 DE107 DE108 DE117 DE137 DE147 DE187 DE218 DE228 DE237
DE238 DG047 DG057 DJ007 DJ017 DJ027 DJ037 DJ047 DJ057 DK007
DL007 EX016 EX026 EX036 EX066 EX076 EX086 FA017 FA047 FB087
FB097 FB167 GM00 GQ00